

Application News

No. A545

光吸収分析

IR Pilot による医薬品原料の確認試験

この度、当社より発売した IRSpirit は、クラス最高の SN 比と最高分解能を兼ね揃えたコンパクトな FTIR です (図 1)。本体サイズは 390 (W) × 250 (D) × 210 (H) mm と A3 サイズ以下で、間口の狭い場所でも設置できるように、2 面からのアクセスを可能にしたユニークなデザインを採用しました。また、液体セルや KBr 錠剤といった透過測定用の付属品はもちろん、1 回反射型 ATR 装置や拡散反射測定装置などの既存付属品や市販付属品をそのままお使いいただける特長もあります。

また、IRSpirit シリーズの装置制御・データ解析を行うソフトウェア LabSolutions IR には、確認試験、異物解析、定量分析、膜厚測定 of 4 種類の測定、解析を簡便に行うことができる専用プログラム (IR Pilot) があります。これは、画面の指示に従って操作するだけで、正しい手順で、測定から解析、印刷までを行うことができる機能です。23 通りの専用プログラムを標準装備しており、よく使うプログラムについては、メインメニューに 4 つまで登録することができます。

今回は、IR Pilot を使った確認試験についてご紹介いたします。

S. Iwasaki



図 1 小型 FTIR IRSpirit の外観

■ 医薬品の確認試験

「ヒプロメロース酢酸エステルコハク酸エステル」は、腸溶性コーティング剤や固体分散体基剤として使用される医薬品の一つです。日本薬局方 (JP) や US National Formulary (NF) といった公定書に試験法などが記載されています。図 2 に構造式を示します。

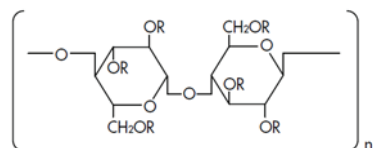


図 2 ヒプロメロース酢酸エステルコハク酸エステルの構造式

第十七改正日本薬局方では、一般試験法にのみ記載されていた ATR 法が、医薬品各条での確認試験としても記載されるようになりました。ヒプロメロース酢酸エステルコハク酸エステルは ATR 法が明記されている医薬品の一つで、「赤外吸収スペクトル測定法の ATR 法により測定するとき、波数 2840 cm⁻¹、1737 cm⁻¹、1371 cm⁻¹、1231 cm⁻¹ 及び 1049 cm⁻¹ 付近に吸収を認める」と定められています¹⁾。

■ 一体型 ATR 測定装置 QATR-S

測定には、IRSpirit の試料室と一体化した ATR 測定装置 QATR-S を使用しました (図 3)。一体型モデルのため、スマートなデザインであることに加え、試料の設置スペースが広く、大きな試料も切断せずに測定できるメリットがあります。プリズムはダイヤモンド、ゲルマニウムを選択できます。トルクリミッタ内蔵のスイング式クランプ機構のため、プリズムを傷つける心配もありません。IRSpirit にのみ装着可能です。



図 3 一体型 ATR QATR-S を装着した IRSpirit

■ IR Pilot による確認試験

IR Pilot を使用すると、①目的、②測定方法、③使用する付属品、④試料の種類 of 4 つの質問に答えるだけで、目的試料の測定、解析、印刷までを簡単に行うことができます。ここでは、IR Pilot を用いて、「ヒプロメロース酢酸エステルコハク酸エステル」の確認試験を実施しました。表 1 に測定条件を示します。

表 1 測定条件

装置	: IRSpirit-L (KBr 窓板)、 QATR-S (広帯域ダイヤモンドディスク)
分解能	: 2 cm ⁻¹
積算回数	: 45
アポダイズ関数	: Sqr Triangle
検出器	: LiTaO ₃

IR Pilot を起動すると、スペクトル測定画面が立ち上がり、自動的に装置の初期化が始まります。まず、図 4 に示すメインメニューにおいて、分析目的である「確認試験」を選択します。次に、薬局方に対応した測定かどうかを選びます。薬局方に対応した試験の場合は、分解 2 cm⁻¹、それ以外の場合は、分解 4 cm⁻¹ が自動的に設定されます。



図 4 メインメニュー

次に測定手法選択画面（図5）で測定手法が選択できますが、QATR-Sは装置に自動認識されてATR法が適用されますので、図5はスキップされて図6のATRプリズム選択画面に進みます。ATRプリズムを選択すると、測定範囲が自動的に設定されます。今回は4000~400 cm⁻¹まで測定できるダイヤモンドプリズムを使用しました。その後、バックグラウンド測定、サンプル測定の順にプログラムが進むため、ガイドダンスにしたがって、試料をセットします。



図5 測定手法選択画面



図6 ATRプリズム選択画面

測定結果を図7に示します。日本薬局方に定められている通り、波数 2837 cm⁻¹、1736 cm⁻¹、1371 cm⁻¹、1231 cm⁻¹ 及び 1048 cm⁻¹ 付近にピークが確認できました。

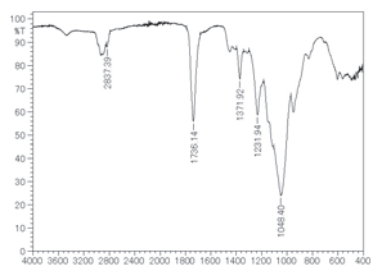


図7 ヒプロメロース酢酸エステルコハク酸エステルの測定結果

測定の終了後にデータ処理を選びます（図8）。ATR補正、ピーク検出、ピーク比計算、一致度計算が可能です。ここでは、「ピーク検出」を選択しました。

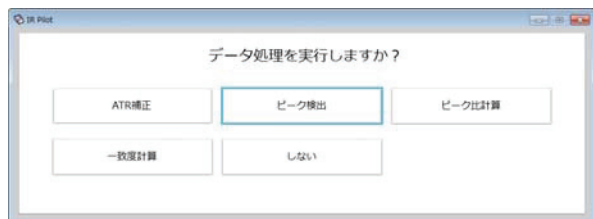


図8 データ処理選択画面

結果が表示された後、印刷の有無を選択します。図9に示した印刷例のように、測定した試料のスペクトルとデータ処理の結果が表示されます。

最後に、プログラムの登録画面（図10）で、一連の流れをメインメニューに登録することができ、次回以降、選択項目が短縮されるため、より簡単にプログラムを実施できるようになります。

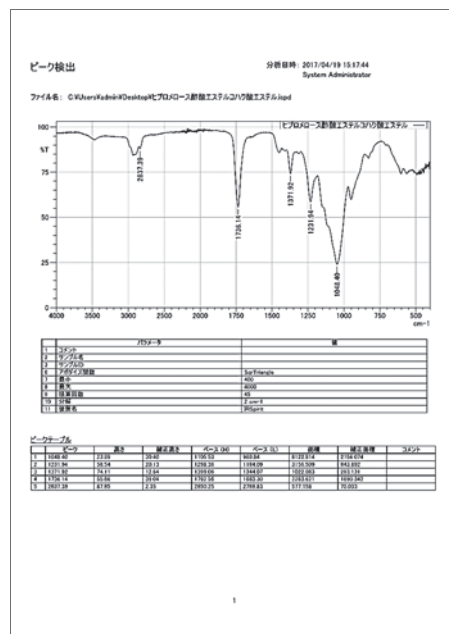


図9 印刷例

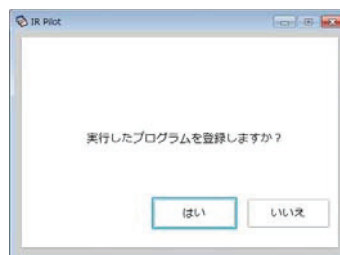


図10 プログラムの登録画面

■まとめ

ここでは、ヒプロメロース酢酸エステルコハク酸エステルの確認試験を行いました。IR Pilotにより、パラメータの設定、バックグラウンド測定、サンプル測定、データ処理、印刷まで、自動で簡単に確認試験を実施できました。FTIRを初めて使う方やルーチン測定を行う方も、IR Pilotを用いると正しい手順で、より快適にIR Spiritをお使いいただけます。ぜひお試しください。

謝辞：

試料は、「信越化学工業株式会社 有機合成事業部」様よりご提供いただきました。ご協力に深く謝意を表します。

参考文献：

1)：厚生労働省「第十七改正日本薬局方」